

1/19/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

001619602

WPI Acc No: 1976-54024X/197628

Oilseed protein isolates prodn. - alkaline extract purified  
with active carbon to remove flavour colour aflatoxins etc.

Patent Assignee: RALSTON PURINA CO (RALS )

Number of Countries: 007 Number of Patents: 009

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
US 3966702	A	19760629				197628 B
BE 843520	A	19761018				197646
CA 1007105	A	19770322				197714
DE 2627613	A	19771222				197801
NL 7606395	A	19771216				197801
JP 52156954	A	19771227				197806
FR 2354054	A	19780210				197812
DE 2627613	B	19790726				197931
JP 81009898	B	19810304				198113

Priority Applications (No Type Date): US 74526181 A 19741122; US 72246941 A  
19720424; US 73379519 A 19730716

Abstract (Basic): US 3966702 A

Protein is extracted from defatted oil-seed, esp. soya beans, by  
treating the ground oil-seed with an alkaline soln. of pH  $\geq 8.5$ , and  
purifying the extract by passage over active C. The protein may then be  
pptd. by lowering the pH, collected and dried. The prodts. are solids,  
devoid of flavour, colour and impurities such as aflatoxins.

Title Terms: PROTEIN; ISOLATE; PRODUCE; ALKALINE; EXTRACT; PURIFICATION;  
ACTIVE; CARBON; REMOVE; FLAVOUR; COLOUR

Derwent Class: D13

International Patent Class (Additional): A23J-001/14; A23L-001/20

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): D03-F01; D03-F02

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2004 Thomson Derwent. All rights reserved.

© 2004 Dialog, a Thomson business

La présente invention concerne de façon générale un procédé de fabrication d'un produit protéiné et, plus particulièrement, une protéine de fève de soja de saveur améliorée.

5 La présente invention a été conçue et développée dans une large mesure dans le domaine des produits du soja du fait des problèmes particuliers rencontrés avec de tels produits. De ce fait, l'invention sera expliquée en référence à des produits du soja et elle s'applique spécialement à de tels  
10 produits, bien qu'on puisse la mettre en oeuvre pour des protéines d'autres graines oléagineuses selon un aspect plus large de l'invention.

De façon générale, dans l'utilisation de produits protéinés provenant de sources de protéines végétales telles que la  
15 fève de soja, le problème le plus important pour obtenir une large acceptation de tels produits réside dans la présence d'une odeur et d'une saveur "de fève" ou sui generis. Même avec différentes techniques de traitement qui impliquent la purification et l'isolement de protéines à partir de fèves de  
20 soja, il n'a pas été possible de supprimer totalement cette saveur sui generis caractéristique. En outre, bien qu'un produit protéiné terminé puisse apparemment ne pas présenter cette odeur caractéristique, lorsque la protéine est introduite dans un aliment tel qu'un lait ou une boisson puis  
25 qu'elle est chauffée, cette saveur indésirable a tendance à réapparaître, ce qui demande un pourcentage élevé de parfums puissants pour masquer complètement le goût de fève. En conséquence, bien que différentes techniques de traitement aient réussi partiellement à éliminer cette saveur indésirable des protéi-  
30 nes dérivant de la fève de soja, il n'en existe pas moins un besoin de solution à ce problème.

Un des produits les plus communs dérivant des sources de protéines végétales telles que la fève de soja, est dit "extrait de protéine" du fait que la majeure partie de la pro-  
35 téine disponible est isolée et donne un produit ayant une teneur en protéine de l'ordre de 95 % ou davantage. Le procédé

de base pour la préparation de l'extrait consiste à disperser des fèves de soja broyées et dégraissées dans une solution fortement alcaline, puis, par addition d'acide, à abaisser le pH de l'extrait à la valeur du point isoélectrique de la protéine qui est compris entre 4 et 5 environ. On rassemble ensuite la protéine précipitée ou le caillot et l'on élimine le "petit lait" ou la liqueur en excès, après quoi on la lave et on peut la sécher, si on le désire, par séchage par pulvérisation ou technique similaire. Même après ce traitement sévère, l'extrait de protéine de soja souffre dans la plupart des cas des problèmes de saveur mentionnés ci-dessus.

Comme déjà indiqué, on a essayé d'améliorer la saveur des extraits de fèves de soja et, en même temps, de les décolorer le plus possible. Plus le produit est blanc, plus il convient dans la formulation de succédanés de laits ou en tant qu'agents blanchissants pour le café, ou comme sources de protéines fortifiantes pour des aliments en général. Habituellement cependant, bien qu'un procédé antérieur donné puisse mieux réussir qu'un autre dans l'élimination de la saveur indésirable, il souffre par contre d'un manque d'efficacité en ce qui concerne la couleur et il demande par conséquent un traitement supplémentaire pour éliminer ce défaut.

Différents procédés antérieurs ont mis en oeuvre des absorbants tels que la terre à foulon, l'argile ou le charbon activé afin d'essayer de décolorer des protéines. Par exemple, le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 493 385 suggère le traitement d'hydrolysats de protéines avec du charbon actif pour éliminer la couleur, tandis que le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 1 165 199 suggère d'utiliser le noir d'os pour éclaircir le lait de soja et le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 2 397 307 suggère la décoloration de la protéine de soja au moyen de charbon actif. Dans les deux derniers cas cependant, il est spécifiquement indiqué que l'addition de parfums est nécessaire ou que la décoloration effectuée de cette manière ne donne pas une protéine de qualité suffisante et faiblement colorée. Par conséquent, l'em-

ploi de charbon actif s'est révélé infructueux pour supprimer avec succès la saveur, pour décolorer et désodoriser la protéine de soja ou l'un de ses extraits protéinés.

La présente invention concerne également l'élimination d'impuretés à partir de différents produits de graines oléagineuses végétales. On connaît déjà des procédés destinés à l'élimination et à la détoxification des "aflatoxines" (qui seront mieux définies ci-après) à partir de graines oléagineuses. Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 493 385 suggère d'utiliser une lampe à mercure à arc court pour détoxifier l'aflatoxine tandis que le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 515 736 suggère d'éliminer l'aflatoxine à partir de la farine d'arachides au moyen d'un mélange azéotrope d'acétone, d'hexane et d'eau. Aucun de ces brevets n'a suggéré l'utilisation de charbon actif pour éliminer les aflatoxines des matières oléagineuses telles que les farines d'arachides et de graines de coton.

La Demanderesse a découvert que l'on peut fabriquer un extrait de protéine à partir de graines oléagineuses, le dit extrait étant pratiquement exempt d'impuretés, en traitant l'extrait alcalin riche en protéine des graines oléagineuses broyées ayant subi une extraction par un solvant, avec du charbon actif. On peut alors traiter l'extrait obtenu au moyen de différentes techniques de traitement, pour obtenir un extrait de protéine pouvant être utilisé comme protéine fortifiante ou comme base pour une large variété d'aliments riches en protéines.

Plus spécialement, la présente invention couvre la préparation d'un extrait alcalin d'une farine de fève de soja dégraissée, consistant à disperser la farine <sup>dans</sup> une solution alcaline ayant un pH d'au moins 8,5 environ afin de solubiliser pratiquement toute la protéine, à éliminer les produits insolubles, puis à faire passer l'extrait alcalin dans une colonne de charbon actif afin d'obtenir un extrait de protéine alcalin sensiblement incolore. Après ces opérations, on peut précipiter la protéine solubilisée en

abaissant le pH à la valeur du point isoélectrique de la protéine ou à environ 4,5, moment à partir duquel on peut laver le caillot ou l'extrait puis le traiter par séchage par pulvérisation ou technique similaire, afin d'obtenir une protéine pure, inodore et pratiquement blanche convenant pour une grande variété d'applications dans le domaine des aliments.

Le produit de départ pour la fabrication du produit protéiné selon l'invention est constitué par des fèves de soja broyées ou finement pulvérisées et desquelles on a éliminé pratiquement toute l'huile. Bien que le pourcentage d'huile résiduelle qui reste dans la fève de soja broyée n'est pas destiné à constituer un facteur de limitation, cette teneur doit être sensiblement inférieure à 5 % en poids environ et, généralement, de l'ordre de 0,5 à 2 % en poids en fonction de la technique utilisée pour éliminer l'huile. De même, le mode d'élimination de l'huile n'est pas destiné à constituer un facteur de limitation, toute technique connue du spécialiste pouvant convenir.

On extrait ensuite la fève de soja broyée et dégraissée au moyen d'un agent d'extraction alcalin qui comprend une base soluble dans l'eau de qualité "alimentation", telle que l'hydroxyde de sodium, de calcium, de potassium et de magnésium, ou bien des sels alcalins tels que le carbonate ou le bicarbonate de sodium, ainsi que les mélanges des sels et des bases. La normalité particulière de la concentration de la base dans l'agent d'extraction ne constitue pas un facteur de limitation, bien que l'extrait alcalin de la farine de fève de soja ou des flocons doive présenter un pH au moins égal à 8,5 environ et, de préférence, supérieur à 9,5, comme ce sera décrit ci-après. De façon caractéristique, on disperse les flocons dans l'eau suivant un rapport de poids flocons/eau compris entre 1/10 ou 1/16 environ, et l'on maintient la température de l'eau entre 18 et 43°C environ, et de préférence à 30°C environ. On ajoute ensuite l'extrait alcalin de façon que le pH du milieu aqueux soit d'au moins 8,5, de préférence supérieur à 9,5 et, mieux encore, compris entre

10 et 10,5. Lorsque le pH de l'extrait est maintenu au-dessus de cette valeur minimale, une floculation indésirable de la protéine a lieu lorsque l'on ajoute l'extrait sur la colonne de charbon actif, ce qui interfère avec la récupération de la protéine et, par voie de conséquence, avec le rendement de la colonne. Le fait de maintenir la gamme des valeurs ci-dessus pour le milieu aqueux sur des flocons dégraissés donne un pourcentage préféré compris entre 3 et 5 % environ de solides dissous dans l'extrait alcalin pour l'utilisation sur la colonne.

On extrait les flocons avec une base alcaline pendant une durée qui est d'environ 30 minutes, après quoi on effectue une centrifugation pour éliminer les flocons usés ou extraits. On clarifie ensuite l'extrait par filtration ou centrifugation pour obtenir un extrait alcalin clair des fèves de soja broyées, présentant un pH préféré au moins égal à 9,5 et présentant une teneur en solides comprise entre 3 et 5 % en poids environ. Sans pour autant limiter l'invention, on peut utiliser différents additifs lors de l'extraction des flocons de fèves de soja si on le désire, afin d'améliorer le rendement de l'extraction ou d'améliorer ou de renforcer les propriétés de l'extrait de protéine. Pour ces produits, on peut citer les sulfites ou autres additifs. L'extrait alcalin clarifié est alors prêt pour la purification avec le charbon actif comme mentionné ci-dessus.

Le type particulier de charbon actif pouvant être utilisé dans le procédé selon l'invention ne constitue pas un facteur de limitation et le spécialiste peut choisir facilement le type devant être utilisé parmi les types disponibles dans le commerce, en considérant essentiellement la récupération de la protéine et l'activité du charbon.

Parmi les variables devant être considérées dans le choix d'un charbon actif particulier destiné à être mis en oeuvre dans le procédé selon l'invention, on peut citer la dimension des pores et la dimension des particules individuelles du charbon actif. La dimension des pores commande la dimension

des molécules adsorbées. Il existe deux types de pores entrant en considération dans la technologie de l'adsorption par le charbon actif, par exemple les macropores ayant un diamètre supérieur à  $1000 \text{ \AA}$  et les micropores dont la dimension est comprise entre 10 et  $1000 \text{ \AA}$ . Les macropores n'existent généralement qu'à la surface extérieure immédiate des particules de charbon. Ces macropores font partie de et conduisent à des passages d'interconnexion d'ouverture plus faible, de dimensions variables qui tombent dans la classification du format micropore. Lorsqu'il existe différentes tailles de molécules en solution, ces différentes molécules entrent en compétition les unes avec les autres pour atteindre la surface adsorbante. Du fait de la forme irrégulière aussi bien des pores que des molécules et également du fait d'un mouvement moléculaire constant, les micropores ne sont pas bloqués par les grosses particules mais ils sont encore disponibles pour laisser pénétrer les molécules plus petites. De même, la plus grande mobilité des molécules les plus petites leur permet de diffuser plus rapidement que les grosses molécules et de pénétrer dans les micropores avant qu'ils soient bloqués.

Les dimensions de pores ultimes pour le charbon activé, dans la mise en oeuvre de la présente invention, doivent être telles que les macropores soient suffisamment petits pour bloquer la captation de la protéine et les micropores soient suffisamment grands pour adsorber tous les agents contaminants qui ne sont pas constitués par de la protéine. A cet égard cependant, la connaissance des impuretés et de la structure des protéines de soja ainsi que leur taille, est limitée de façon étroite et cette théorie du mécanisme ne constitue pas une limitation.

L'autre variable qualitative importante est constituée par la dimension des particules. Cette dimension affecte la vitesse d'adsorption, c'est-à-dire que lorsque la taille des particules décroît, la vitesse d'adsorption augmente. Cependant, la taille des particules n'affecte pas la

surface de la zone d'adsorption. Il existe d'autres variables concernant la qualité du charbon, telle que la dureté qui concerne sa résistance à l'abrasion plutôt que son efficacité dans un système particulier. Ces variables sont bien connues du spécialiste.

Il est préférable que le charbon activé ait une faible teneur en cendre et, par conséquent, une teneur en calcium relativement faible, afin d'empêcher l'absorption de la protéine. A cet égard, un charbon activé ayant une teneur en cendre inférieure à 8 % en poids est préférable. Si on le désire cependant, on peut utiliser un charbon activé ayant une teneur en cendre supérieure à cette valeur en lavant le charbon activé avec un milieu acide avant de l'utiliser pour l'extrait alcalin de protéine, afin d'éliminer le calcium en excès ou autres produits qui pourraient absorber la protéine. Le type particulier de charbon à cet égard ne constitue cependant pas un facteur de limitation pour la présente invention car tous les types sont efficaces en fonction des résultats particuliers désirés.

Des charbons activés pouvant convenir dans la mise en oeuvre de la présente invention, sans que la liste qui suit ne constitue une limitation, comprennent les charbons granulaires activés portant les désignations commerciales "BPL", "CPG", "SGL", "CAL" et "OL" produites par la Pittsburgh Activated Carbon Company, succursale de Merck & Company, Rahway, New Jersey.

Les types de charbons mentionnés ci-dessus présentent des teneurs en cendre maximales de l'ordre de 8 % ou moins et ils conviennent parfaitement pour la purification de l'extrait alcalin de protéine selon l'invention.

La constitution ou le type particulier d'appareil utilisé pour la purification de l'extrait alcalin selon l'invention ne constitue pas une limitation car toute variante de constitution ou de type d'appareil est bien connue du spécialiste. Cependant, en fonction du choix de l'appareil ou de sa constitution particulière, on peut réaliser un ensemble



fonctionnant par charges, en semi-continu ou en continu, pour la purification de l'extrait alcalin de protéine comme ce sera décrit ci-après.

Un procédé par charges, par exemple, est destiné à  
5 décrire la disposition la plus simple de l'appareil pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, et il met en oeuvre une colonne unique renfermant le charbon activé particulière dans laquelle on introduit et on laisse passer l'extrait alcalin de protéine, ce qui provoque la désodorisation, la décoloration et l'élimination du goût dudit extrait. Dans ce cas  
10 cependant la colonne ne peut pas être réutilisée pour une opération ultérieure et nécessite le remplacement ou la régénération du charbon activé avant de pouvoir purifier une seconde charge d'extrait alcalin de protéine. Dans le procédé  
15 par charges successives, la quantité spécifique de charbon activé devant être utilisée ne constitue pas un facteur de limitation car cette quantité dépend entièrement du volume de l'extrait alcalin de protéine. En outre, en ce qui concerne le passage de l'extrait de protéine dans la colonne de charbon activé, on peut faire passer l'extrait parcourant descen-  
20 dant sur le charbon, en d'autres termes, on place l'extrait au sommet du charbon activé absorbant et il passe par gravité. Bien que ce mode opératoire convienne entièrement dans le type de procédé par charges successives ainsi que pour d'autres  
25 modes opératoires qui sont décrits ci-après, il est cependant préférable pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention de faire passer l'extrait dans le charbon parcourant ascendant à travers l'absorbant c'est-à-dire à l'opposé de la force de gravité. Ce mode opératoire réduit la possibilité de  
30 contamination par des impuretés indésirables de l'extrait purifié lorsque les propriétés d'absorption du charbon sont épuisées. La force de poussée pour l'élution à travers l'absorbant peut de toute façon être fournie par une pression destinée à forcer l'extrait à passer dans la colonne, ce qui élimine les  
35 substances non désirables de l'extrait de protéine.

D'autres modes opératoires préférés pour la purifi-

cation de l'extrait alcalin de protéine selon l'invention consistent en des modes en continu qui conviennent mieux pour des opérations industrielles. Ces modes opératoires permettent généralement la régénération ou le remplacement du charbon  
5 activé sans interruption importante dans la purification de l'extrait alcalin de protéine. Comme modes opératoires destinés au remplacement ou à la régénération du charbon activé, on peut citer les systèmes à lit statique ou à colonnes multiples ou bien à lit pulsé ou mobile.

10 Le lit pulsé ou mobile met en oeuvre une colonne unique dans laquelle le charbon épuisé est remplacé continuellement. Dans un ensemble de ce type, le courant de liquide est ascendant à travers le lit de charbon, tandis que le charbon avance de façon périodique vers le bas de la colonne.  
15 Ainsi, on introduit l'extrait au pied de la colonne et le fait que le liquide soit à courant ascendant permet des évacuations fréquentes de petites quantités de charbon usé à partir du pied de la colonne tandis qu'en même temps on peut procéder à des additions correspondantes de charbon frais au sommet de la colonne. De cette manière, le fonctionnement de  
20 la colonne consiste en un processus à contre-courant qui implique que les particules de charbon activé partiellement usé absorbent des impuretés avant que l'effluent semi-traité entre en contact avec du charbon frais, ce qui permet d'utiliser la capacité d'absorption maximale du charbon activé.

Le système à lit statique ou à multiples colonnes permet également un mode de fonctionnement à contre-courant assurant que les propriétés d'absorption du carbone soient utilisées le plus efficacement possible. Dans un tel système,  
30 on remplit des colonnes multiples avec du charbon activé et on les dispose en série, ce qui permet à la première colonne d'être saturée d'impuretés ou d'être épuisée, tandis qu'on obtient une solution de la pureté désirée sur la colonne finale. On vide alors la première colonne de charbon usé, on la  
35 remplit de charbon frais et on la place en position aval ou au-dessous de la colonne qui a déjà été utilisée. Ce mode

opératoire permet un fonctionnement à contre-courant, en ce sens que la solution vient au contact du charbon semi-usé avant d'entrer en contact avec le charbon frais. Tous les modes opératoires ci-dessus donnent des systèmes convenables pour la purification de l'extrait alcalin de protéine selon l'invention, et donnent une protéine n'ayant aucune saveur, couleur ou odeur indésirables. On peut régénérer le charbon usé et le réutiliser si on le désire, en éliminant l'eau en excès selon tout moyen approprié connu, par exemple par centrifugation suivie de régénération thermique du charbon dans un four à une température comprise entre 850 et 1000°C. Après le traitement thermique, on trempe le charbon régénéré dans l'eau ou dans une base alcaline diluée puis on peut le sécher ou le renvoyer dans la colonne.

Après le passage de l'extrait alcalin de protéine dans le charbon actif, on soumet l'extrait ou la liqueur purifiée résultante à un stade de précipitation afin de précipiter la protéine de soja. On précipite la protéine de soja à partir de la liqueur en abaissant le pH à une valeur acide proche ou égale à la valeur du point isoélectrique de la protéine, en général un pH compris entre 4,6 et 4,9, par addition d'un agent acide usuel de qualité "alimentation", tel que l'acide acétique, l'acide phosphorique, l'acide citrique, l'acide tartrique, etc. On sépare alors le précipité par centrifugation et on le lave à l'eau ; il apparaît comme une substance duveteuse et blanche, présentant une odeur et une saveur minimales.

Après ces opérations, on peut remettre le caillot humide sous forme d'une bouillie dans l'eau si on le désire et l'on ajuste le pH de la bouillie à une valeur plus neutre comprise entre 6 et 7 environ, avec une teneur en solides comprise entre 15 et 23 % en poids environ. On peut alors sécher la suspension par pulvérisation pour obtenir une poudre blanchâtre exempte de saveur, d'odeur, ainsi que d'impuretés résiduelles de soja.

Le terme "impuretés" ne concerne pas seulement les

soja traité de façon usuelle.

Exemple 2.

On met en suspension 9 kg de flocons de fève de soja dégraissée dans 145 kg d'eau renfermant 182 g d'hydroxyde de calcium (2 % en poids par rapport au soja) et 91 g de sulfite de sodium (1 % en poids par rapport au soja). On maintient le mélange à une température de 29°C environ et l'on effectue une extraction pendant 30 minutes. Après l'extraction, on élimine les solides non dissous ainsi que les flocons usés du mélange par centrifugation. Après élimination des solides non dissous, on clarifie la suspension par centrifugation et l'on obtient 135,8 kg d'un extrait alcalin de protéine ayant un pH compris entre 10 et 10,3.

Afin de déterminer des différences possibles entre l'extrait de protéine selon l'invention et l'extrait obtenu de manière usuelle, on divise l'extrait alcalin en deux portions. On traite une première portion de la façon indiquée ci-dessous dite procédé A, qui est un procédé usuel de production d'un extrait de protéine à partir de fèves de soja et l'on traite la seconde portion de la façon dite procédé B selon le procédé de la présente invention.

Procédé A

On abaisse le pH d'une portion de 74,8 kg d'extrait alcalin à une valeur de 4,5 par addition d'acide phosphorique afin de précipiter la protéine sous forme d'un caillot humide, on ajoute un poids égal d'eau pour laver le caillot, après quoi on centrifuge le mélange et on élimine l'eau de lavage. On prend un échantillon du caillot après le stade unique de lavage ; cet échantillon est l'échantillon 1. On répète le stade de lavage et l'on prélève un échantillon du caillot après le second stade de lavage, que l'on désigne par échantillon 2. On répète alors le stade de lavage une troisième fois sur le reste du caillot et l'on prélève un échantillon après le troisième stade de lavage, soit l'échantillon 3. On effectue des analyses en ce qui concerne l'humidité et la teneur en solides sur le produit humide ainsi que des analyses

de protéines sur le produit humide et sur le produit sec.  
Les résultats sont indiqués dans le tableau I ci-après.

#### Procédé B

On fait passer une portion de 62 litres d'extrait  
5 alcalin à pH compris entre 10 et 10,3 sur une colonne de  
charbon activé préparée comme suit : on remplit une colonne  
d'acier de 50,8 mm de diamètre et de 2,28 mètres de longueur  
avec 2085 g de charbon activé granulaire "CPG". On précondi-  
tionne la colonne avec environ 3000 ml d'hydroxyde de sodium  
10 0,1N jusqu'à ce que l'effluent ait un pH compris entre 10 et  
11. On fait alors passer l'extrait alcalin dans la colonne à  
une vitesse de 150 ml/mn et l'on recueille l'effluent. On  
ajuste le pH de l'effluent de la colonne à 4,5 avec de l'a-  
cide phosphorique pour faire précipiter la protéine. On éli-  
15 mine l'eau et on lave le caillot une fois avec un poids égal  
d'eau, après quoi on élimine l'eau. On obtient environ 4600 g  
de caillots humides et l'on effectue des analyses de l'humidi-  
té et de la teneur en solides sur la substance humide,  
ainsi que des analyses de protéines sur l'extrait humide et  
20 l'extrait sec. Les résultats sont indiqués dans le tableau I.

TABLEAU I

Echantillon d'extrait	Humidité %	% Protéine (humide)	% Protéine (sèche)
1	82	16,5	91,7
25 2	80,8	17,8	92,7
3	81,5	17,8	96,2
Colonne de charbon	81,2	18,0	95,7

On observe en outre que l'extrait obtenu selon le  
30 procédé de l'invention est de couleur plus blanche et de par-  
fum plus neutre que les échantillons 1, 2 et 3. Il ressort  
par conséquent des résultats ci-dessus que l'extrait de pro-  
téine obtenu par purification avec la colonne de charbon cor-  
respond à l'extrait produit de façon usuelle en ce qui concer-  
35 ne la teneur en protéine mais il présente une saveur plus pu-  
re et une couleur sensiblement plus blanche que l'extrait qui

a été soumis à trois stades de lavage, ce qui constitue un moyen usuel d'élimination de la saveur et de la couleur indésirables.

Exemple 3.

- 5 On disperse 13,6 kg de flocons de soja dégraissé dans un milieu aqueux maintenu à 30°C, renfermant 217 kg d'eau, 126 g de sulfite de sodium (1 % en poids par rapport au soja), et 372 g d'hydroxyde de calcium (2 % en poids par rapport au soja). On maintient le mélange à la température ci-dessus et
- 10 l'on effectue une extraction pendant 30 minutes. Après l'extraction, on élimine les solides non dissous ainsi que les flocons usés du mélange par centrifugation. Après élimination des solides non dissous, on clarifie la suspension par centrifugation et l'on obtient un extrait alcalin de protéine ayant
- 15 un pH compris entre 10,7 et 10,8. On divise l'extrait alcalin en deux portions de 40,8 kg chacune et l'on traite une première portion selon le procédé A ci-dessous qui est un procédé usuel de préparation d'extraits de protéine à partir de fève de soja. On traite la seconde portion selon le procédé
- 20 B suivant le procédé de la présente invention.

Procédé A

- On ajuste la portion de 40,8 kg d'extrait alcalin à un pH de 4,5 par addition d'acide phosphorique à 85 % afin de précipiter la protéine sous la forme d'un caillot humide.
- 25 On lave le caillot avec un poids égal d'eau et l'on centrifuge le mélange puis on élimine l'eau de lavage. Après le lavage, on recueille 2990 g de caillot ayant une teneur en solides de 27 %, une teneur en humidité de 77 % et une teneur en protéine de 21,1 %. On ajuste le pH du caillot à 4,8 et la
- 30 teneur en solides passe à 18 %, après quoi on sèche le caillot par pulvérisation et l'on obtient un extrait de protéine que l'on soumet à une évaluation de la saveur et de la couleur comme indiqué dans le tableau II ci-après.

Procédé B

- 35 On fait passer la portion de 40,8 kg de l'extrait alcalin à pH compris entre 10,7 et 10,8 dans une colonne de

charbon activé préparée comme suit : on charge une colonne d'acier inoxydable de 50,8 mm de diamètre et de 2,28 mètres de longueur avec 2085 g de charbon activé granulaire "CPG" de 0,180 mm. On préconditionne la colonne avec environ 3000 ml d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'à ce que l'effluent ait un pH compris entre 10 et 11. On fait alors passer l'extrait alcalin dans la colonne à une vitesse de 88 ml/mn et l'on recueille l'effluent. On ajuste le pH de l'effluent de la colonne à 4,5 avec de l'acide phosphorique afin de précipiter la protéine. On élimine l'eau et on lave une fois le caillot avec un poids égal d'eau, après quoi on élimine l'eau par centrifugation. Après le lavage, on recueille environ 3330 g de caillot ayant une teneur en solides de 20 %, une teneur en humidité de 81,6 % et une teneur en protéine de 17,9 %. On ajuste le pH de ce caillot à 4,8 et l'on réduit la teneur en solides à 18 %, après quoi on sèche le caillot par pulvérisation et l'on obtient un extrait de protéine destiné à l'évaluation de la couleur et de la saveur comme indiqué ci-dessous dans le tableau II.

20

TABLEAU II

<u>Echantillon</u>	<u>Couleur</u>	<u>Saveur</u>
Procédé A	0	Forte saveur de fève, caractéristique du soja
Procédé B	6	Produit doux relativement sans goût

25

On soumet à l'évaluation, en ce qui concerne la saveur et la couleur, des extraits de protéines séchés obtenus au moyen du procédé A qui constitue une technique usuelle de traitement, et du procédé B selon l'invention.

30

On mesure de façon subjective la couleur et la saveur selon une échelle de 0 à 6 employée pour l'évaluation de la couleur, le 0 correspondant au jaune maximum et le 6 correspondant au blanc maximum. On peut voir facilement que le produit résultant de l'invention est très sensiblement meilleur que l'extrait de protéine usuel, aussi bien en ce qui concerne la saveur que la couleur.

35

Exemple 4.

On évalue à nouveau les extraits de protéine obtenus selon l'exemple 3 selon le procédé A usuel et le procédé B selon l'invention afin de mesurer les différences dans les caractéristiques de saveur, en dispersant ces extraits à raison de 5 % en poids dans de l'eau puis en ajustant le pH de la dispersion à 6,8 avec de l'hydroxyde de sodium. On soumet chaque échantillon à huit membres d'un comité de gustation et l'on évalue la saveur en ce qui concerne sa pureté selon une échelle subjective de 0 à 6, le 6 correspondant à la plus pure. Trois membres préfèrent l'échantillon obtenu au moyen du procédé A et quatre membres préfèrent l'échantillon obtenu à partir du procédé B. Un membre ne trouve aucune différence entre les deux. Le mérite subjectif de l'échantillon obtenu à partir du procédé A usuel est de 3,7 tandis que celui de l'échantillon selon le procédé B est de 4,1. Ainsi, les résultats ci-dessus indiquent clairement que même en solution extrêmement diluée, la différence de qualité entre le produit selon l'invention et un produit de l'art antérieur est évidente pour un comité de gustation.

Exemple 5.

Afin d'évaluer les différences de saveur entre l'extrait de soja usuel et celui obtenu selon l'invention, dans un aliment, on utilise l'extrait de protéine obtenu selon l'exemple 3 avec le procédé A et le procédé B, pour former la source de protéine destinée à un succédané du lait. La formulation du lait est la suivante :

<u>Constituants</u>	<u>% en poids</u>
Extrait de protéine de soja	3,5
30 Huile de noix de coco hydrogénée	3,5
Solides de sirop de céréale (36 D.E.)	6,0
Phosphate dicalcique	0,1
Alginate de propylène-glycol	0,1
35 Emulsifiant (monostéarate de polyoxyéthylène sorbitan, mono-et diesters de glycérol)	0,1
Eau	86,7



On soumet le succédané de lait mettant en oeuvre les deux extraits de protéine à un comité de gustation de quatorze membres ; huit membres préfèrent le succédané de lait avec l'extrait selon le procédé B, tandis que quatre mem-  
5 bres préfèrent le succédané de lait avec l'extrait selon le procédé A. Deux membres n'ont pas de préférence entre les deux échantillons. Le mérite subjectif, basé sur une échelle de 1 à 10, le 10 étant la valeur préférée, du lait renfermant l'ex-  
10 trait selon le procédé A est de 5,1, tandis que celui du lait renfermant l'extrait selon le procédé B est de 5,4. La pureté améliorée du produit selon l'invention par rapport à l'art antérieur est ainsi pleinement mise en évidence lorsque les deux produits sont employés dans un aliment.

On a déjà indiqué que des métabolites fongiques,  
15 élaborés par des éléments d'une moisissure du genre Aspergillus, en particulier l'Aspergillus flavus, se développant sur des substrats renfermant des protéines comme des farines de graines oléagineuses végétales, sont très toxiques vis-à-vis de la volaille et des poissons et peuvent causer des maladies. En  
20 fait, ces métabolites fongiques, dits "aflatoxines" sous leur forme cristalline, se sont avérés carcinogènes pour certaines formes de vie. On peut utiliser le procédé selon l'invention pour extraire des aflatoxines et autres impuretés indésirables à partir de différentes graines oléagineuses, telles  
25 que les graines de coton et d'arachides.

Exemple 6.

On cultive l'Aspergillus flavus dans de la farine de graine de coton que l'on dégraisse ensuite avec de l'hexane. La teneur en aflatoxines de la farine de graine de coton  
30 est de 1350 parties par charge du type B<sub>1</sub> et de 111 parties par charge du type B<sub>2</sub>. On broie 650 g de flocons dégraissés sous la forme d'une farine que l'on met en suspension dans 6500 ml d'eau et l'on ajuste à un pH de 10,3 avec de l'hydroxyde de sodium à 50 %. On maintient le mélange à température am-  
35 biente et l'on effectue une extraction pendant 30 minutes. Après l'extraction, on élimine les solides non dissous du mé-

lange par centrifugation. Après élimination des solides non dissous, on clarifie la suspension par centrifugation et l'on obtient 4988 g d'un extrait alcalin ayant un pH de 10,3. On divise l'extrait alcalin en deux portions, et l'on traite une première portion selon le procédé A ci-dessous qui est un procédé usuel pour la production d'extraits de protéines à partir de graines oléagineuses végétales. On traite la seconde portion selon le procédé B ci-dessous selon la présente invention.

Procédé A

On ajuste la première portion, consistant en 740 g environ d'extrait alcalin à un pH de 4,6 par addition d'acide phosphorique à 85 % afin de précipiter la protéine sous la forme d'un caillot humide. On sèche le caillot et l'on mesure la teneur en aflatoxine. La mesure de la teneur en aflatoxine est effectuée selon le procédé indiqué dans les paragraphes 26 031 à 26 039, de "Official Method of Analysis, Association of Analytical Chemists, 11ème édition, 1970. Les résultats de ces mesures sont indiqués dans le tableau III ci-après sous la référence (A).

Procédé B

On fait passer la portion de 3771 g de l'extrait alcalin à pH de 10,3 dans une colonne de charbon activé. Cette colonne, constituée par un tube d'acier inoxydable de 5 cm de diamètre et de 50 cm de longueur est remplie avec environ 375 g de charbon activé granulaire "BPL" de 0,59 à 1,68 mm, vendu par la société Pittsburgh Activated Carbon Co. On préconditionne la colonne avec environ 300 ml d'hydroxyde de sodium 0,1N jusqu'à ce que l'effluent présente un pH compris entre 10 et 11. On fait passer l'extrait alcalin dans la colonne à raison de 40 ml/min et l'on recueille l'effluent en deux fractions successives de 100 ml. On ajuste le pH de l'effluent de chaque colonne à 4,6 avec de l'acide phosphorique afin de précipiter la protéine. On mélange chaque fraction avec environ 10 ml de chloroforme. On sèche le précipité et l'on mesure sa teneur en aflatoxine selon le même mode opératoire que dans le procédé A. Les résultats de ces mesures sont indiqués dans le tableau III ci-dessous sous les références (B) et (C).

TABLEAU III

## Teneur en aflatoxine

Echantillon	Teneur en aflatoxine			
	Type B <sub>1</sub> µg par kg de fa- rine	% en poids	Type B <sub>2</sub> µg par kg de fa- rine	% en poids
5 Farine de base	1350		111	
(A) Extrait non traité	2278	100	148	100
10 (B) Extrait de la colonne de charbon	153	6,7	7	4,7
(C) Extrait de la colonne de charbon	180	7,9	10	6,7

On peut voir aisément que l'extrait selon l'inven-  
 tion présente une teneur en aflatoxine sensiblement réduite  
 15 en comparaison avec l'extrait témoin de graine de coton (A)

Exemple 7.

On prépare un échantillon d'arachide à partir d'un  
 lot de 45 kg de "tout venant" fourni par une société de pe-  
 lage d'arachides. On fait tout d'abord passer les amandes dans  
 20 des rouleaux de concassage puis dans des rouleaux de flocula-  
 tion, puis on effectue une extraction dans un extracteur à  
 panier à température ambiante avec de l'hexane. La teneur en  
 aflatoxine est de 580 parties par charge de type B<sub>1</sub> et de 97  
 parties par charge de type B<sub>2</sub>. On broie ou l'on pulvérise les  
 25 flocons dégraissés sous la forme d'une farine et l'on met en  
 suspension 650 g de cette farine dans 6500 ml d'eau que l'on  
 ajuste à un pH de 10,3 avec de l'hydroxyde de sodium à 50 %.  
 On maintient le mélange à température ambiante et l'on effec-  
 tue une extraction pendant 30 minutes environ. Après l'extrac-  
 30 tion, on élimine les solides non dissous du mélange par cen-  
 trifugation. Après élimination des solides non dissous, on  
 clarifie la suspension par centrifugation et l'on obtient  
 4988 g d'un extrait alcalin ayant un pH d'environ 10,3. On  
 poursuit le reste de l'essai selon le mode opératoire indiqué  
 35 dans l'exemple 6 en prélevant trois échantillons de l'extrait  
 alcalin de farine d'arachides. On utilise l'échantillon (A)  
 comme témoin et l'on détermine la teneur en aflatoxine de

l'extrait de protéine sans mettre en oeuvre le procédé de la présente invention. Les échantillons (B) et (C) sont constitués par des fractions successives de 1000 ml de l'extrait alcalin que l'on fait passer sur une colonne de charbon activé  
 5 identique à celle décrite dans l'exemple 6. On mesure la teneur en aflatoxine de l'extrait sec d'arachide au moyen du procédé indiqué dans les paragraphes 26 015 à 26 020, "Official Methods of Analysis, Association of Analytical Chemists", 11ème édition, 1970. La teneur en aflatoxine des extraits est indiquée dans le tableau IV ci-dessous.

TABLEAU IV

Echantillon	Teneur en aflatoxine			
	Type B <sub>1</sub> µg par kg de farine	% en poids	Type B <sub>2</sub> µg par kg de farine	% en poids
Farine de base	580		97	
(A) Extrait non traité	520	100	80	100
(B) Extrait de la colonne de charbon	22	4,2	6	7,5
20 (C) Extrait de la colonne de charbon	79	15,2	12	15,0

On peut voir encore que l'extrait selon l'invention présente une teneur en aflatoxine sensiblement réduite en comparaison avec l'extrait témoin à base d'arachide (A).

25 Il est bien entendu que la présente invention n'a été décrite qu'à titre d'exemple préférentiel et qu'on pourra y apporter toute équivalence technique sans sortir de son cadre, qui est défini dans les revendications annexées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un extrait de protéine à partir de graines oléagineuses, ledit extrait étant sensiblement exempt d'impuretés, caractérisé par le fait que l'on effectue une  
5 extraction sur une charge de graines oléagineuses broyées, au moyen d'un agent d'extraction alcalin, afin d'obtenir un extrait alcalin de protéine ayant un pH au moins égal à 8,5, et que l'on fait passer ledit extrait alcalin sur du charbon activé afin d'éliminer pratiquement les impuretés dudit extrait.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le charbon activé présente une teneur en cendre inférieure à 8 % en poids.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que les graines oléagineuses broyées sont constituées  
15 par des flocons de fève de soja pratiquement dégraissées.
4. Procédé de fabrication d'un produit protéiné à partir de graines oléagineuses et sensiblement exempt d'impuretés, caractérisé par le fait :
- (a) que l'on effectue une extraction sur une charge  
20 de graines oléagineuses broyées au moyen d'un agent d'extraction alcalin de façon à obtenir un extrait alcalin de protéine ayant un pH au moins égal à 8,5 environ ;
- (b) que l'on fait passer ledit extrait alcalin sur du charbon activé et
- 25 (c) que l'on abaisse le pH dudit extrait vers la valeur du point isoélectrique de la protéine afin de faire précipiter la protéine exempte d'impuretés sous la forme d'une masse humide.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par  
30 le fait que les graines oléagineuses broyées sont constituées par des fèves de soja.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que les graines oléagineuses broyées sont constituées par des flocons de fèves de soja dégraissées.
- 35 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que l'on sèche la masse de protéine afin d'obtenir un extrait sec de protéine sensiblement exempt de saveur et de couleur.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 et 4, caractérisé par le fait que l'agent d'extraction alcalin est constitué par de l'hydroxyde de sodium, de l'hydroxyde de calcium, de l'hydroxyde de potassium ou leurs mélanges.

5 9. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que l'on effectue un lavage à l'eau de la protéine précipitée.

10 10. Procédé selon la revendication 5, caractérisé par le fait que l'on effectue une dispersion dans l'eau de la protéine précipitée, à une teneur en solides comprise entre 15 et 23 % environ, et que l'on sèche ladite dispersion par pulvérisation afin d'obtenir un extrait sec de protéine sensiblement exempt de saveur et de couleur.

15 11. Procédé selon l'une des revendications 1 et 4, caractérisé par le fait que l'extrait alcalin de protéine présente une teneur en solides comprise entre 3 et 5 % en poids environ.

12. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que l'on abaisse le pH de l'extrait à environ 4,5.

20 13. Procédé de fabrication d'une protéine à partir de graines oléagineuses sensiblement exemptes d'impuretés, caractérisé par le fait :

(a) que l'on effectue une extraction sur des graines oléagineuses pratiquement dégraissées, au moyen d'un agent d'extraction alcalin, pour obtenir un extrait alcalin de protéine ayant un pH au moins égal à 9,5 environ ;

(b) que l'on fait passer l'extrait alcalin sur du charbon activé ;

(c) que l'on abaisse le pH dudit extrait vers la valeur du point isoélectrique de la protéine, ce qui fait précipiter la protéine sous forme d'une masse humide ; et

(d) que l'on sèche ladite masse de protéine pour obtenir un extrait sec de protéine sensiblement exempt d'impuretés.

35 14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé par le fait que le charbon activé présente une teneur en cendre inférieure à 8 % en poids environ.

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé

par le fait que l'on effectue le séchage après la dispersion de la masse de protéine dans l'eau, afin d'obtenir une dispersion ayant une teneur en solides comprise entre 15 et 23 % environ.

5 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 4 et 13, caractérisé par le fait que l'on effectue l'extraction à une température élevée.

17. Procédé selon la revendication 13, caractérisé par le fait que l'on abaisse le pH à 4,5 environ.

10 18. Procédé selon la revendication 13, caractérisé par le fait que les graines oléagineuses dégraissées sont constituées par des fèves de soja dégraissées.

19. Produit protéiné obtenu au moyen du procédé selon la revendication 1.

15 20. Produit protéiné obtenu au moyen du procédé selon la revendication 4.

21. Produit protéiné obtenu au moyen du procédé selon la revendication 13.